

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-064057

(43)Date of publication of application : 29.02.2000

(51)Int.Cl. C23C 22/60
C23C 22/68
C25D 11/30

(21)Application number : 10-234810

(71)Applicant : STC:KK
FUJI SHOKAI:KK
SONY CORP

(22)Date of filing : 21.08.1998

(72)Inventor : SHIMAJIRI YOSHIFUMI
KUBOTA FUKUTARO
YAMAGUCHI YOZO
OKAMURA TOSHINOBU
MATSUBARA SUSUMU
HASEGAWA KOSUKE

(54) SURFACE TREATMENT METHOD OF MAGNESIUM MATERIAL OR MAGNESIUM ALLOY MATERIAL

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve the corrosion resistance without using harmful chromate by forming an oxidized film on the surface of a magnesium material or a magnesium alloy material using a neutral or alkaline soln. as a treating soln. by a chemical or an electrochemical method and thereafter executing high pressure vapor treatment.

SOLUTION: A magnesium material or a magnesium alloy material molded by a die casting method, an injection forming method or the like is cleaned, if necessary after executing degreasing treatment with an organic soln. or an alkaline degreasing agent and is moreover subjected to etching treatment by using alkali, metallic salts or the like, and, successively, the electric potential of the activated surface is made uniform with a surface conditioner. Then, the magnesium material or the magnesium alloy material with fine pores formed on the surface is treated using a neutral soln. or an alkaline soln. as a treating soln. by a chemical method or an electrochemical method to form an oxidized film on the surface. After that, this oxidized film is treated in a high pressure vapor atmosphere under 1.5 to 10 kgf/cm² at about 110 to 200° C for about 5 to 60 min.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-64057

(P2000-64057A)

(43) 公開日 平成12年2月29日 (2000.2.29)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード [*] (参考)
C 2 3 C 22/60		C 2 3 C 22/60	4 K 0 2 6
22/68		22/68	
C 2 5 D 11/30		C 2 5 D 11/30	

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平10-234810
 (22) 出願日 平成10年8月21日 (1998.8.21)

(71) 出願人 396007742
 有限会社エス・ティ・シー
 栃木県宇都宮市住吉町2番2号
 (71) 出願人 598113564
 株式会社富士商会
 東京都台東区台東4-30-7
 (71) 出願人 000032185
 ソニー株式会社
 東京都品川区北品川6丁目7番35号
 (72) 発明者 島尻 芳文
 栃木県宇都宮市住吉町2番2号
 (74) 代理人 100085257
 弁理士 小山 有

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 マグネシウム材またはマグネシウム合金材の表面処理方法

(57) 【要約】

【課題】 有害なクロム酸塩を使用せず、高い耐食性を有するマグネシウム材またはマグネシウム合金材の表面処理方法を提供する。

【解決手段】 マグネシウム材またはマグネシウム合金材の表面に、中性溶液またはアルカリ性溶液を処理液として、化学的方法または電気化学的方法のいずれかの方法により酸化皮膜を形成させた後、高圧蒸気雰囲気中で処理する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 マグネシウム材またはマグネシウム合金材の表面に、中性溶液またはアルカリ性溶液を処理液として、化学的方法または電気化学的方法のいずれかの方法により酸化皮膜を形成させた後、高圧蒸気雰囲気中で処理することを特徴とするマグネシウム材またはマグネシウム合金材の表面処理方法。

【請求項2】 請求項1に記載の表面処理方法において、前記高圧蒸気による処理を圧力 $1.5 \sim 10 \text{ kgf/cm}^2$ の範囲で行うことを特徴とするマグネシウム材またはマグネシウム合金材の表面処理方法。

【請求項3】 請求項1に記載の表面処理方法において、前記マグネシウム材またはマグネシウム合金材が、ダイカスト法または射出成形法による成形物であることを特徴とするマグネシウム材またはマグネシウム合金材の表面処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する分野】 本発明はマグネシウム材またはマグネシウム合金材の耐食性を高めるためのクロム・フリーの表面処理方法に関し、特に家電製品、電子機器類等の筐体として使用するマグネシウム材またはマグネシウム合金材の耐食性を高めることができる表面処理方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 マグネシウム材またはマグネシウム合金材は、軽量、比強度、耐くばみ性、放熱性等の特性が優れているため、従来から自動車等の構造材料に使われてきたが、特に近年ではコンピュータ、音響、ビデオ、携帯電話等、電子機器類の筐体用素材として注目されている。

【0003】 しかし、マグネシウムは美用金属の中では最も卑な金属であるため、防錆のための表面処理が不可欠である。マグネシウム合金の防錆処理方法は JIS H 8651 に規定されており、このうち化成処理方法により完成品を防食する方法は「3種」として収録されている。しかしこの処理方法は第2工程に重クロム酸ナトリウムを使用するものである。

【0004】 また、陽極酸化による表面処理方法は同じく JIS H 8651 に「5種」、「11種」および「12種」の3方法が収録されているが、このうち「5種」および「12種」では標準処理液中に重クロム酸ナトリウムが含まれており、また、「11種」についても塗装下地に用いるときは重クロム酸ナトリウム含有処理剤に浸漬することになっている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 上記クロム酸塩の有害性は従来からよく知られており、作業環境、排水等の規制が行われてきた。また、近年はクロム酸処理された製品が廃棄物となった場合に、酸性雨によって6価クロム

が溶出して環境汚染を引き起こす問題も発生している。このため、国内外を問わずクロム酸の使用を自棄する動きが出ている。

【0006】 したがって本発明の目的は、有害なクロム酸塩を使用せず、高い耐食性を有するマグネシウム材またはマグネシウム合金材の表面処理方法を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】 上記の課題を解決するため、本発明のマグネシウム材またはマグネシウム合金材の表面処理方法は、中性溶液またはアルカリ性溶液を処理液として、化学的方法または電気化学的方法のいずれかの方法により酸化皮膜を形成させた後、高圧蒸気雰囲気中で処理するものである。この高圧蒸気による処理は、圧力 $1.5 \sim 10 \text{ kgf/cm}^2$ の範囲で行うことが好ましい。

【0008】 本発明の方法により処理するマグネシウム材またはマグネシウム合金材として、ダイカスト法または射出成形法による成形物、たとえばコンピュータ、音響、ビデオ、携帯電話等、電子機器類の筐体が挙げられる。

【0009】

【発明の実施の態様】 以下、本発明を具体的に説明する。表面処理の対象となるマグネシウム材またはマグネシウム合金材としては既述のようにコンピュータ、音響、ビデオ、携帯電話等、電子機器類の筐体が挙げられるが、これに限定されるものでなく、その他の成形品として家電製品、自動車部品、装飾品、家具、建具等、さらに板材、コイル材等の素材類を挙げることができる（以下、これらを総称して「被処理物」という）。

【0010】 上記筐体の成形法は多種あるが、マグネシウム材またはマグネシウム合金材の成形法としてはダイカスト法、あるいは射出成形法（チクソー・モールドイング）が適している。

【0011】 次に本発明の処理方法を工程順に説明する。これらの工程中、本発明の表面処理方法に係る工程は必須であるが、その他の工程は被処理物の様子を考慮して適宜採用すればよい。

【0012】 先ず前処理工程として被処理物の脱脂を行う。この脱脂工程は被処理物表面の油脂、ゴミ、ホコリ、指紋等を除去して清浄にし、本発明に係る処理液を有効に働かせるために大事である。脱脂剤としては有機溶剤類あるいは炭酸ナトリウム等のアルカリ性脱脂剤等を用い、 $50 \sim 80^\circ\text{C}$ 、好ましくは $65 \sim 75^\circ\text{C}$ で2～10分浸漬処理し、その後水洗を行う。

【0013】 脱脂処理に続いてエッチング処理を行う。このエッチング工程は被処理物表面の酸化皮膜を除去し、活性面を作るものであるが、処理面はすぐに酸化されてしまうため速やかに次工程に移る必要がある。エッチング剤としては水酸化ナトリウム等のアルカリ類、硝

酸等の酸類、塩化第二鉄等の金属塩類を使用し、45〜75℃、好ましくは55〜65℃で2〜10分程度浸漬処理し、その後水洗を行う。

【0014】続いて表面調整を行う。この工程はエッチングによって活性化された被処理物表面の電位を均一にし、次工程の薬品による不均一な電位腐食を防止するものである。表面調整剤（キザイ（株）社製）に室温で1〜5分程度浸漬処理し、その後水洗を行う。

【0015】次に本発明に係る酸化皮膜を被処理物表面に形成させる。この酸化皮膜形成の際に被処理物表面には微細なボアが形成されるため塗膜の密着性を向上させることができる。酸化皮膜は化学的方法または電気化学的方法によって形成することができる。化学的方法（化成処理）によって酸化皮膜を形成する場合、使用する処理液は中性溶液またはアルカリ性溶液である。このうち中性溶液としては、キザイ（株）社製：MC-CCAまたはMC-CCBを使用し、アルカリ性溶液としては、キザイ（株）社製：MC-CCCを使用する。このときの処理条件としては45〜75℃、好ましくは55〜65℃、pH6〜9、好ましくは6.5〜8.5で、2〜30分、好ましくは5分程度浸漬処理し、その後水洗を行う。

【0016】電気化学的方法（陽極酸化）によって酸化皮膜を形成する場合も、使用する電解質溶液は化成処理と同じく中性溶液またはアルカリ性溶液である。中性溶液及びアルカリ性溶液は前記と同様である。このときの処理条件としては45〜75℃、好ましくは55〜65℃、pH6〜9、好ましくは6.5〜8.5で、2〜30分、好ましくは5分程度浸漬処理し、その後水洗を行う。

【0017】引き続き本発明に係る高圧蒸気処理を行う。この蒸気処理は酸化皮膜を形成された被処理物表面の耐食性を向上させるための工程であり、オートクレーブ中に被処理物をセッティングし、圧力1.5〜10kgf/cm²、好ましくは3〜6kgf/cm²で5〜60分、好ましくは15〜30分加圧する。このときのオートクレーブ内温度は約110℃〜200℃、好ましくは120℃〜180℃である。

【0018】上記圧力が1.5kgf/cm²未満のときは酸化皮膜の水和反応が不十分となり皮膜の耐食性向上効果が少なくなる。一方10kgf/cm²を超えると設備費が過大となり、ランニングコストも高くなる。また、加圧時間が5分未満では酸化皮膜の水和反応が不十分となり皮膜の耐食性向上効果が少なくなる。一方、60分を超えると被処理物表面に過剰の水和物が生成し、塗膜の密着性を低下させ、さらに経済的にも不利となる。

【0019】以上の各工程を経て表面処理を終了した被処理物は腐食を防ぐために速やかに乾燥炉へ移して乾燥させることが好ましい。

【0020】次に実施例および比較例を示して本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例によって限定されるものではない。

実施例1

マグネシウム合金材（AZ91D材）を脱脂処理したのち、前記したキザイ（株）製の中性溶液を処理液として60℃で10分間浸漬による化成処理を行った。そして被処理物を水洗後、オートクレーブへ移し圧力5kgf/cm²で20分間蒸気中で加圧した。このときの内部温度は150℃であった。得られた被処理物の酸化皮膜は濃灰色であった。

【0021】実施例2

マグネシウム合金材（AZ91D材）を脱脂処理したのち、アルカリ性溶液を処理液として60℃で10分間浸漬による化成処理を行った。そして被処理物を水洗後、オートクレーブへ移し圧力5kgf/cm²で20分間蒸気中で加圧した。このときの内部温度は150℃であった。得られた被処理物の酸化皮膜は黒色であった。

【0022】比較例1

マグネシウム合金材（AZ91D材）を脱脂処理したのち、前記したキザイ（株）製の中性溶液を処理液として60℃で10分間浸漬による化成処理を行い、その後水洗した。得られた被処理物の皮膜は灰色であった。

【0023】比較例2

マグネシウム合金材（AZ91D材）を脱脂処理したのち、アルカリ性溶液を処理液として60℃で10分間浸漬による化成処理を行い、その後水洗した。得られた被処理物の皮膜は茶色であった。

【0024】比較例3

マグネシウム合金材（AZ91D材）を脱脂処理したのち、エッチング処理、続いて表面調整処理を施した。この被処理物を水洗後、重フッ化ナトリウム15g/L、重クロム酸ナトリウム180g/L、硫酸アルミニウム10g/L、硝酸84m/Lからなる化成処理水溶液を用い、室温（20℃）で3分間浸漬処理した。得られた被処理物の皮膜は黄銅色であった。

【0025】実施例1、2および比較例1〜3の被処理物について、JIS Z 2371に準ずる塩水噴霧試験（72時間）による耐食性評価を行った。その結果を表1に示す。

【0026】

【表1】

被処理物	外観観察
実施例 1	糸状腐食が局部的に散在するも良好。灰色化*
実施例 2	ごく軽度の腐食はあるが良好。灰色化*
比較例 1	全面腐食。
比較例 2	白色腐食生成物が多数発生。
比較例 3	糸状腐食散在。白色腐食全面に散在。クロム析出し茶褐色化

*実施例1、2の灰色化は塩水噴霧試験後のものである。

【0027】表1の評価内容から明らかなように、本実施例の表面処理方法による被処理物は、いずれも軽い腐食はあるものの十分に耐食性が保たれており、さらにこの処理表面に塗膜を形成して商品とするに十分な状態であった。

【0028】

【発明の効果】本発明の表面処理方法によれば、中性溶液またはアルカリ性溶液を処理液として、化学的方法または電気化学的方法のいずれかの方法によりマグネシウム材またはマグネシウム合金材の表面に酸化皮膜を形成させるがその際、被処理物表面に微細なボアが形成さ

*れ、塗膜の密着性を向上することができる。

【0029】また、酸化皮膜を形成させた後、さらに高圧蒸気雰囲気中で処理するため、被処理物表面に従来法であるクロム酸処理よりも高い耐食性を有する酸化皮膜を形成することができる。さらに、酸化皮膜に濃灰色から黒色までの異なる色調を持たせることができる。

【0030】また、本発明の処理方法ではクロム酸を使用しないため、廃水処理が容易であるとともに排水、廃液処理に関わるコストの低減もでき、また作業環境、環境保護の観点からも有用な処理方法である。

フロントページの続き

(72)発明者 久保田 福太郎
東京都練馬区大泉学園町7-22-7
(72)発明者 山口 洋三
東京都台東区台東4-30-7 株式会社富士商會内
(72)発明者 岡村 敏信
東京都中央区日本橋小伝馬町9-10 小伝馬町ビル キザイ株式会社内

(72)発明者 松原 准
東京都品川区北品川6-7-35 ソニー株式会社内
(72)発明者 長谷川 幸介
東京都品川区北品川6-7-35 ソニー株式会社内
Pターム(参考) 4X026 AA01 AA21 BA08 BB08 BB10
CA14 CA15 CA18 DA01 EA07
EA08 EA09